



**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Solos**

Ministério da Agricultura e do Abastecimento
Rua Jardim Botânico, 1.024 CEP 22460-000 Rio de Janeiro, RJ
Telefone (21) 274-4999 Fax (21) 274-5291
<http://www.cnps.embrapa.br>

PESQUISA EM ANDAMENTO



Nº 3, agosto 1999, p.1-5

ISSN 1516-702X

ESTUDO COMPARATIVO DE MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DO TEOR DE MATÉRIA ORGÂNICA EM SOLOS ORGÂNICOS DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO

Mauro da Conceição ¹
Celso Vainer Manzatto ²
Wilson Sant'Anna de Araújo ¹
Ladislau Martin Neto ³
Sérgio da Costa Saab ⁴
Tony Jarbas Ferreira Cunha ¹
Alessandra Alexandre Freixo ⁵

A matéria orgânica do solo desempenha um papel de suma importância do ponto de vista químico, físico e biológico. A sua origem, as transformações no solo, a composição química e as suas diferentes funções vêm sendo objeto de muitos estudos. O conhecimento de seus teores é fundamental em diversas áreas da Ciência do Solo. Na área de gênese, formação e classificação de solos, o teor de matéria orgânica é imprescindível na definição de alguns horizontes diagnósticos e na caracterização de algumas classes de solos, principalmente os orgânicos e gleissolos. Diversos métodos têm sido utilizados para a determinação do teor de matéria orgânica do solo. Porém, há uma carência de informações consistentes quanto à definição e recomendação do método mais adequado na obtenção de resultados confiáveis e satisfatórios, principalmente para solos com elevados teores de matéria orgânica. A quantificação da matéria orgânica do solo normalmente é feita a partir da determinação, em laboratório, do conteúdo de carbono orgânico do solo. A fórmula comumente empregada é: $m.o. g.kg^{-1} = 1,724 \times C$, face ao conceito de que o teor de C da matéria orgânica do solo é igual a 58%. Entretanto, apesar de sua ampla aplicação, este fator varia conforme determinadas características do solo. Resultados encontrados na literatura indicam valores variando de 1,55 a 2,13 (Jackson, 1982). Avaliações feitas por Broadbent (1953) indicam valores de 1,9 para amostras superficiais de solos e 2,5 para subsolos.

¹ Eng. Agrôn., M.Sc., Embrapa Solos, Rua Jardim Botânico, 1.024, CEP 22460-000, Jardim Botânico, Rio de Janeiro, RJ.
E-mail: mauro@cnps.embrapa.br, wilson@cnps.embrapa.br, tony@cnps.embrapa.br.

² Eng. Agrôn., D.Sc., Embrapa Solos. E-mail: manzatto@cnps.embrapa.br.

³ Físico, Ph.D., Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos, SP. E-mail: martin@cnpdia.embrapa.br

⁴ Prof. Adjunto, M.Sc., Universidade Estadual de Ponta Grossa, Departamento de Física, Ponta Grossa, PR.
E-mail: saab@cnpdia.embrapa.br.

⁵ Bolsista, Embrapa Solos.



Os métodos propostos para a determinação da matéria orgânica do solo, estimada através do carbono orgânico do solo, podem ser por oxidação da matéria orgânica via seca (Young & Lindbeck, 1964), por via úmida, onde se destacam os métodos preconizados de Schollenberger (1927, 1945) e de Walkley & Black (1934) e, por cromatografia (Dean, 1974), gravimetria por incineração em mufla (Ball, 1964; Ben-Dor & Banini, 1984; Jackson, 1982), e termogravimetria (Wendlandt, 1986; Beltran et al. 1988).

O método de Walkley-Black modificado (Jackson, 1982), inserido no *Manual de Métodos de Análise de Solo* (Embrapa, 1997), é o que vem sendo mais utilizado pela maioria dos laboratórios do país. Consiste na oxidação do carbono orgânico do solo pelo Cr^{6+} na presença de H_2SO_4 concentrado, na qual o excesso de Cr^{6+} é titulado com Fe^{2+} . A gravimetria e termogravimetria baseiam-se na perda de massa do solo pela incineração e aquecimento programado, respectivamente.

No que se refere a solos com elevado teor de matéria orgânica, mais precisamente os orgânicos, tem-se verificado, no decorrer dos anos, uma demanda voltada à realização de estudos comparativos dos métodos existentes de determinação da matéria orgânica do solo quanto a sua eficiência e diferenças, haja vista tratar-se de um parâmetro básico para a caracterização desses solos.

Assim, quatro métodos foram avaliados em 27 amostras de horizontes superficiais e subsuperficiais de solos orgânicos representativos da Baixada Litorânea, RJ. Os métodos avaliados foram os seguintes: a) Walkley-Black modificado (método volumétrico pelo dicromato de potássio e titulação pelo sulfato ferroso para determinação do carbono orgânico total, onde o conteúdo de matéria orgânica = carbono orgânico x 1,724); b) combustão em mufla a 400°C durante a noite (Lyn et al, 1974), em amostras TFSA e maceradas; c) combustão em mufla a 600°C/6 horas (Kampf & Schneider, 1989), em amostras indeformadas, TFSA e maceradas e; d) analisador elementar CHN, em amostras de terra fina seca ao ar (TFSA) e maceradas.

Os resultados são apresentados na Tabela 1 e Figura 1. Os teores médios de matéria orgânica encontrados foram de 353,1 e 397,6 g.kg⁻¹ nos métodos de incineração em mufla a 400 °C durante a noite e 600 °C/6 horas, respectivamente para amostras de TFSA. Não foi observada muita diferença entre amostras maceradas e TFSA. Em se tratando de amostras indeformadas, o teor médio de matéria orgânica foi de 326,0 g.kg⁻¹, inferior as médias encontradas em amostras maceradas e TFSA submetidas aos métodos por incineração. Nesse caso a diferença encontrada pode ser atribuída a erro de amostragens, haja vista tratar-se de solos cuja constituição orgânica normalmente é muito heterogênea dentro da própria camada do solo.

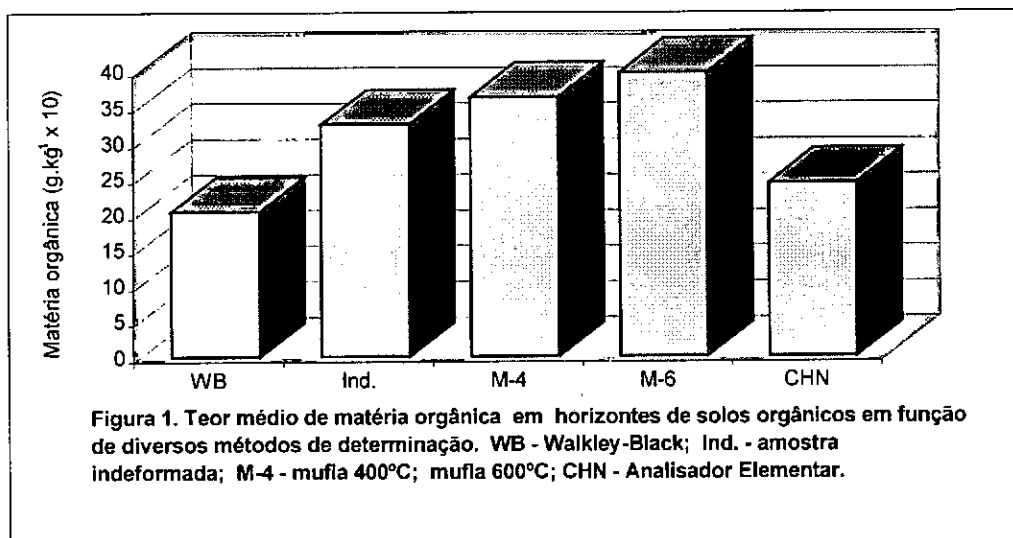
Os teores médios de carbono encontrados nos métodos Walkley-Black e analisador elementar foram de 118,2 e 140,8 g.kg⁻¹ respectivamente. Esta diferença, possivelmente, pode estar relacionada à operacionalidade das análises, no caso do método de Walkley-Black, tais como ajustes entre a quantidade de amostras e diluições a serem processadas, juntamente com o tempo de aquecimento ante a solução sulfocrômica, zona de viragem durante a titulação e necessidade de utilização de um catalisador, por se tratar de solos essencialmente orgânicos, com teores de matéria orgânica elevados quando comparados aos solos minerais.

O teor médio de carbono, determinado pelo método Walkley-Black, e a perda de massa por incineração em mufla, em amostras de solo maceradas, apresentaram alto coeficiente de correlação ($r^2 = 0,968$). Miyazawa et al. (1997), em estudo comparativo entre os métodos termogravimétrico, incineração em mufla (250, 300, 350 e 400°C) e Walkley-Black em amostras de LRd argiloso do Estado do Paraná, verificaram que dois métodos convencionais, Walkley-Black e incineração em mufla, apresentaram alta correlação ($r^2 = 0,937$), e que a perda de massa determinada por termogravimetria, no intervalo de 110 a 420°C e por incineração em mufla, apresentaram comportamento semelhante.

Tabela 1. Teores de matéria orgânica (g.kg^{-1}) em função de diversos métodos em solos orgânicos da Baixada Litorânea, RJ.

Solo	Método																			
	Método de Walkley-Black			Combustão em mufla 600°C/6h			Combustão em mufla 400°C/noite				Combustão em mufla 600°C/6h				Analisador elemental CHN					
	Amostra de solo	Horizonte	Carbono orgânico	Matéria orgânica C x 1,724	Matéria orgânica	Fator	MO/C*	Matéria orgânica	Fator	MO/C*	Matéria orgânica	Fator	MO/C*	Matéria orgânica	Fator	MO/C*	Carbono orgânico	Matéria orgânica C x 1,724	Carbono orgânico	Matéria orgânica C x 1,724
Perfil 1	Hp	115,7	199,5	334,0	2,9	3,27	378,3	3,06	354,1	3,06	419,8	3,63	395,9	3,42	133,1	229,5	137,6	237,2		
Perfil 1	H ₂	119,6	206,2	354,0	3,0	3,53	421,7	3,10	371,3	3,10	457,3	3,82	392,0	3,28	148,3	255,7	137,7	237,4		
Perfil 2	Hp	271,0	467,2	612,0	2,3	2,25	608,5	2,51	679,6	2,51	692,3	2,56	685,2	2,53	298,2	514,1	278,9	480,8		
Perfil 2	H ₂	289,5	499,1	648,0	2,2	2,64	764,7	2,49	721,5	2,49	724,1	2,50	754,2	2,61	364,5	628,4	363,6	626,8		
Perfil 3	Hp	145,6	251,0	326,0	2,2	2,75	400,0	2,55	371,4	2,55	428,6	2,94	400,0	2,75	164,4	283,4	148,7	256,4		
Perfil 3	H ₂	176,9	305,0	431,0	2,4	2,87	500,9	2,79	493,0	2,79	524,7	2,97	503,1	2,84	216,4	373,1	211,4	364,5		
Perfil 4	Hp	247,0	425,7	621,0	2,5	2,74	676,9	2,73	673,1	2,73	695,4	2,82	685,9	2,78	340,4	586,8	327,1	563,9		
Perfil 4	H ₂	227,2	391,7	429,0	1,9	2,44	555,1	2,17	493,2	2,17	545,5	2,40	573,2	2,52	257,1	443,2	244,6	421,7		
Perfil 5	Hp	163,2	281,4	412,0	2,5	3,00	489,4	2,83	461,5	2,83	513,0	3,14	484,5	2,97	175,6	302,7	188,8	325,5		
Perfil 5	H ₂	164,9	284,3	412,0	2,5	3,03	500,0	2,92	480,8	2,92	518,5	3,14	503,4	3,05	181,2	312,4	187,4	323,1		
Perfil 6	Hp	88,8	153,1	282,0	3,2	4,18	371,0	3,89	345,3	3,89	406,1	4,57	381,3	4,29	103,3	178,1	104,6	180,3		
Perfil 6	H ₂	90,8	156,5	288,0	3,3	3,67	333,3	3,75	340,4	3,75	357,1	3,93	371,7	4,09	107,8	185,8	107,2	184,8		
Perfil 7	Hp	48,9	84,3	217,0	4,4	4,70	229,8	4,59	224,2	4,59	248,4	5,08	244,8	5,01	60,3	104,0	69,7	120,2		
Perfil 7	H ₂	44,7	77,1	205,0	4,6	5,00	223,6	4,64	207,5	4,64	199,6	4,47	225,8	5,05	58,3	100,5	61,3	105,7		
Perfil 8	Hp	95,9	165,3	256,0	2,7	3,08	295,5	2,97	284,7	2,97	336,4	3,51	331,4	3,46	125,6	216,5	122,1	210,5		
Perfil 8	H ₂	83,2	143,4	253,0	3,0	3,15	262,4	3,61	300,7	3,61	321,3	3,86	323,1	3,88	110,6	190,7	118,7	204,6		
Perfil 9	Hp	40,2	69,3	194,0	4,8	4,18	168,1	5,03	202,3	5,03	220,1	5,48	225,9	5,62	58,4	100,7	51,3	88,4		
Perfil 9	H ₂	35,4	61,0	183,0	5,2	4,59	162,5	5,50	194,6	5,50	212,5	6,00	215,1	6,08	49,7	85,7	49,4	85,2		
Perfil 10	Hp	116,1	200,2	346,0	3,0	2,84	328,2	3,05	353,7	3,05	402,7	3,47	416,2	3,58	131,6	226,9	139,6	240,7		
Perfil 10	H ₂	117,6	202,7	343,0	2,9	2,83	333,3	2,86	335,9	2,86	434,3	3,69	423,7	3,60	150,3	259,1	151,4	261,0		
Perfil 1	H ₃	28,0	48,3	108,0	3,9	6,24	174,7	5,51	154,2	5,51	205,8	7,35	244,3	7,11	39,0	67,2	28,1	48,4		
Perfil 1	C ₂ g	43,7	75,3	196,0	4,5	5,39	235,6	4,85	211,9	4,85	255,6	5,85	244,3	5,59	45,3	78,1	53,0	91,4		
Perfil 2	C ₂ g	51,9	89,5	198,0	3,8	5,23	271,4	4,33	224,7	4,33	294,7	5,68	258,4	4,98	66,4	114,5	71,4	123,1		
Perfil 3	H ₃	187,7	323,6	488,0	2,6	2,61	490,6	2,53	474,6	2,53	511,9	2,73	475,7	2,53	200,7	346,0	215,3	371,2		
Perfil 4	C ₂ g	47,4	81,7	197,0	4,2	3,72	176,5	3,15	149,5	3,15	217,4	4,59	211,5	4,46	57,1	98,4	56,4	97,2		
Perfil 5	H ₃	97,1	167,4	241,0	2,5	2,72	263,9	2,53	245,7	2,53	303,5	3,13	292,8	3,02	100,1	172,6	112,3	193,6		
Perfil 6	H ₃	54,3	93,6	211,0	3,9	3,69	200,6	3,39	183,8	3,39	278,5	5,13	278,5	5,13	57,3	98,8	64,1	110,5		
Média		118,2	203,8	326,0	2,8	3,08	363,9	2,99	353,1	2,99	397,6	3,36	388,8	3,29	140,8	242,7	141,2	243,4		

* coeficiente entre a perda de massa por incineração em mufla e o carbono orgânico total determinado pelo método de Walkley-Black.



A perda de massa determinada por incineração em mufla a 400°C durante a noite e 600 °C/6horas apresentaram comportamento semelhante, onde as correlações obtidas foram $r^2 = 0,960$ e $r^2 = 0,968$ para amostras de TFSA e maceradas respectivamente, onde os resultados encontrados demonstraram não haver diferenças entre os métodos e tratamentos das amostras.

O teor de carbono determinado pelo analisador elementar e a perda de massa determinada por incineração em mufla em amostras maceradas apresentaram alto coeficiente de correlação ($r^2 = 0,968$), enquanto que para amostras TFSA o coeficiente se mostrou bem inferior ($r^2 = 0,822$). Tais resultados, possivelmente devem-se ao fato de se trabalhar com pequenas quantidades de amostras, de 1 a 2,5mg, com influência significativa na sua representatividade, haja vista tratar-se de amostras de solo de baixa densidade e de constituição orgânica, cujas frações são de um modo geral heterogêneas.

De um modo geral, o coeficiente médio entre a perda de massa determinada por incineração em mufla e o carbono determinado pelo método Walkley-Black em amostras de solos orgânicos estudadas apresentaram valores bem maiores, $f = 3,18$, em relação aos que vêm sendo divulgados na literatura e, principalmente, ao comumente utilizado ($f = 1,724$), conforme sugerido por Jackson (1982) na conversão da concentração de carbono determinada pelo método Walkley-Black para matéria orgânica do solo. Tais observações são harmônicas com estudos realizados por Conceição (1989) e Conceição et al. (1997) trabalhando com solos orgânicos do Estado do Rio de Janeiro.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BALL, D.F. Loss-on-ignition as an estimate of organic matter and organic carbon in non-calcareous soils. *Journal of Soil Science*, London, v. 15, p.84-92, 1964.
- BELTRAN, V.; BLASCO, A.; ESCARDINO, A.; NEGRE, F. Formation of black core during the firing of floor and wall tiles. *Interceram*, Freiburg, v. 37, p.15-21, 1988.
- BEN-DOR, E.; BANINI, A. Determination of organic matter content in arid zone soils using a simple "loss-on-ignition" method. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, New York, v. 20, p.1675-1695, 1984.
- BROADBENT, F.E. The soil organic fraction. *Advances in Agronomy*, New York, v.5, p.153-183, 1953.

- CONCEIÇÃO, M. **Natureza do húmus e caracterização de solos com elevado teor de matéria orgânica da região de Itaguaí, Santa Cruz, RJ.** UFRRJ, 1989. 170p. Tese Mestrado.
- CONCEIÇÃO, M.; GOMES, I.A.; MARTIN NETO, L.; SAAB, S.C.; ARAUJO, W.S.; SANTOS, R.D.; RAMOS, D.P.; MANZATTO, H.H.H.; SANTOS, G.A. Caracterização de solos orgânicos da região dos vales dos rios Una, Macaé e São João, leste do Estado do Rio de Janeiro. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 26, 1997, Rio de Janeiro. **Programa e resumos.** Rio de Janeiro : Sociedade Brasileira de Ciência do Solo/EMBRAPA-CNPS, 1997. CD-ROM.
- DEAN, W.E. Jr. Determination of carbonate and organic matter in calcareous sediments and sedimentary rocks by loss on ignition: comparison with other methods. **Journal of Sedimentary Petrology**, New York, v.44, p.242-248, 1974.
- EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos (Rio de Janeiro, RJ). **Manual de métodos de análise de solo.** 2ed. Rio de Janeiro, 1997. 212p.
- JACKSON, M.L. **Análisis químico de suelos.** Barcelona : Omega, 1982. p.282-309.
- LYN, W.C.; McKINZE, W.E.; GROSMAN, R.B. Field laboratory tests for characterization of histosols. In: AANDAHAL, A.R. (Ed.). **Histosols: their characteristics, classification and use.** Madison : Soil Science Society of America, 1974. p.11-20.
- KAMPF, N.; SCHNEIDER, P. Caracterização de solos orgânicos do Rio Grande do Sul: propriedades morfológicas e físicas como subsídios à classificação. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Campinas, v.13, p.227-236, 1989.
- MIYAZAWA, M.; PAVAN, M.A.; OLIVEIRA, E.L.; IONASHIRO, M.; SILVA, A.K. Determinação gravimétrica da matéria orgânica do solo. In: ENCONTRO BRASILEIRO SOBRE SUBSTÂNCIAS HÚMICAS, 2., 1997, São Carlos. **Anais.** São Carlos : EMBRAPA-CNPDI, 1997. p.173.
- SCHOLLENBERGER, C.J. A rapid approximate method for determining soil organic matter. **Soil Science**, Baltimore, v.24, p.65-68, 1927.
- SCHOLLENBERGER, C.J. Determination of soil organic matter. **Soil Science**, Baltimore, v.59, p.53-56, Jan./June 1945.
- WALKLEY, A.; BLACK, I.A. An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter, and a proposed modification of the chromic acid titration method. **Soil Science**, Baltimore, v.37, p.29-38, Jan./June 1934.
- WENDLANDT, W.W.M. **Thermal analysis.** New York, J. Wiley, 1986. p.137-460.
- YOUNG, J.L.; LINDBECK, M.R. Carbon determination in soils and organic materials with high-frequency induction furnace. **Soil Science Society of America Proceedings**, Madison, v.28, p.377-381, 1964.

**MINISTÉRIO DA AGRICULTURA
E DO ABASTECIMENTO**



Produção editorial
Embrapa Solos
Área de Comunicação e Negócios (ACN)